

This Page Is Inserted by IFW Operations  
and is not a part of the Official Record

## **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

**IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.**

**As rescanning documents *will not* correct images,  
please do not report the images to the  
Image Problem Mailbox.**

## (54) FORMATION OF FERROMAGNETIC THIN FILM

(11) 1-110715 (A) (43) 27.4.1989 (19) JP

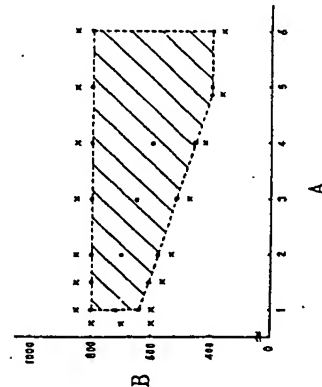
(21) Appl. No. 62-268818 (22) 23.10.1987

(71) YASKAWA ELECTRIC MFG CO LTD (72) SHINJI YAMASHITA(2)

(51) Int. Cl. H01F41/18, C23C14/58, G11B5/85

**PURPOSE:** To obtain the film having both high maximum energy product (BH) max and the anisotropy in film thickness direction by a method wherein an alloy thin film, consisting of Nd, B, Fe and the like of specific compositional ratio, is formed using a sputtering method, and the material having the specific value or above of squareness ratio in film thickness direction is annealed at a specific temperature for a specific period in a vacuum or non-oxidizing atmosphere.

**CONSTITUTION:** The alloy thin film consisting of one or more kinds of elements selected from Nd of 13~27 atomic %, B of 3~17atomic%, Fe of 28 atomic % or more and the remaining part consisting of Co and Al. A substrate having the alloy thin film of the squareness ratio of 0.7 or above in film thickness direction is selected, an annealing period (logs) is taken to an X-axis in a vacuum or non-oxidizing gas atmosphere, and when an annealing holding temperature (°C) is taken to a Y-axis, an annealing treatment is conducted within the range surrounded by the straight line linking the straight line  $Y=800$ , the straight line  $X=1$ , the straight line  $Y=400$ , the straight line  $X=6$ , and the point (1, 640) and another point (4.8, 400). As a result, a vertical magnetized film having the maximum energy product (BH) max of 10 MGOe or above can be obtained, and the device utilizing magnetism can be formed into the state of high efficiency, and also the device can be made small in size.



A: annealing holding time (log S). B: annealing holding temperature (°C)

## (54) MANUFACTURE OF LAMINATED CAPACITOR ELEMENT

(11) 1-110716 (A) (43) 27.4.1989 (19) JP

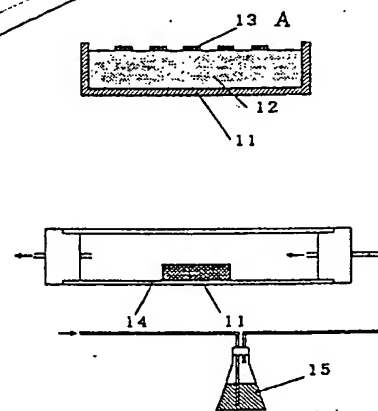
(21) Appl. No. 62-268553 (22) 23.10.1987

(71) MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD (72) HIROSHI KAGATA(3)

(51) Int. Cl. H01G4/12, H01G4/30

**PURPOSE:** To simplify the manufacturing process of a laminated capacitor element, in which lead perovskite is used in a dielectric and copper is used for the internal electrode, and to reduce the percentage of rejects by a method wherein the burnout of binder ingredient is conducted in a mixed gas stream containing the specifically prescribed quantity of  $H_2$  gas and  $O_2$  gas.

**CONSTITUTION:** When a laminated capacitor element, in which copper or an alloy mainly composed of copper is used in an internal electrode, is manufactured using the dielectric of lead perovskite oxide, after the internal electrode pattern has been printed and laminated on a dielectric green sheet, a burnout of binder ingredient is conducted, and after the above is sintered and the laminated capacitor element is manufactured. In the above-mentioned case, the burnout of said binder ingredient is conducted in the mixed gas stream containing  $O_2$  gas and  $H_2$  gas, and when the concentration of gas is set at Xppm and Yppm, the concentration of the  $O_2$  gas and the  $H_2$  gas in the mixed gas used is set within the range of  $30 \leq X \leq 5000$ ,  $0.3X \leq Y \leq 4.5X$ . As a result, the element having no cracks can be obtained in a stable manner using a simple method without having the reducing process for the internal electrode.



11: porcelain container, 12: coarse grain magnesia, 13: laminated body, 14: furnace core tube, 15: pure water

## (54) MANUFACTURE OF FILM CAPACITOR

(11) 1-110717 (A) (43) 27.4.1989 (19) JP

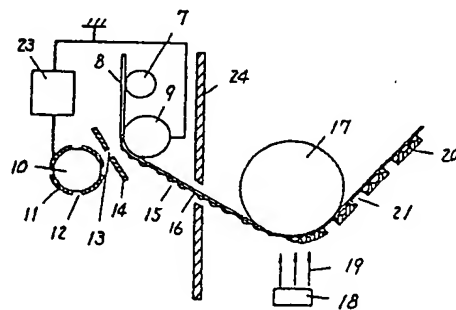
(21) Appl. No. 62-268650 (22) 23.10.1987

(71) MATSUSHITA ELECTRIC IND CO LTD (72) YOSHITOMO NISHIGORI(3)

(51) Int. Cl. H01G4/24

**PURPOSE:** To make it possible to produce the metallized film having a margin part in a highly efficient manner by a method wherein, when the metallized film is manufactured, a corona discharge treatment is selectively conducted on the part where metal is vapordeposited on one or both sides of a resin film.

**CONSTITUTION:** When a metallized film is manufactured, a corona discharge treatment is selectively conducted on the part where metal is vapor-deposited on one or both sides of a resin film 8. For example, the polypropylene film 8 guided by a guide roll 7 reaches an earth role 9, and a corona discharge is conducted between the earth role 9 and an electrode role 10. As an electrode part 11 and a non-electrode part 12 are arranged on the electrode 10 and also as a discharge mask 14 is provided between the earth role 9 and the electrode role 10, the corona discharge is conducted only when the electrode 11 passes through the clearance 13 of the mask 14, and a corona discharge treatment part 15 and a noncorona treatment part 16 are formed. Then, the film 8 is guided to a cooling roller 17, the electrode material 19 sent from an evaporation source 18 is adhered to the corona discharge treatment part 15 only, and an electrode part 20 is formed.



(15/5)

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平1-110715

⑬ Int. Cl.

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成1年(1989)4月27日

CH 01 F. 41/18  
CC 23 C 14/58  
G 11 B 5/85

7354-5E  
.8520-4K  
Z-7350-5D

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 強磁性薄膜の形成方法

⑯ 特 願 昭62-268818

⑰ 出 願 昭62(1987)10月23日

⑱ 発 明 者 山 下 慎 次 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2346番地 株式会社安川  
電機製作所内

⑲ 発 明 者 池 田 満 昭 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2346番地 株式会社安川  
電機製作所内

⑳ 発 明 者 原 賢 治 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2346番地 株式会社安川  
電機製作所内

㉑ 出 願 人 株式会社安川電機製作 福岡県北九州市八幡西区大字藤田2346番地  
所

明 細 書

1 発明の名称

強磁性薄膜の形成方法

2 特許請求の範囲

Nが13~27原子%, Bが3~17原子%,  
Fが28原子%以上、残部がC、A、Eのうち  
一種以上からなる合金薄膜をスパッタリング法に  
よる板上に形成し、膜厚方向の角形比が0.7以  
上の合金薄膜を有する基板を選択して真空中また  
は昇酸化型ガス雰囲気中で、アニール保持時間  
(toss)をX軸にとり、アニール保持温度  
(t)をY軸にとったとき、直線Y-800、直  
線X-1、直線Y-400、直線X-6および点  
(1.640)と点(4.8, 400)を結ぶ直線  
で囲まれる範囲でアニールすることを特徴とする  
強磁性薄膜の形成方法。

3 発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

この発明は磁気記録媒体や高性能小型モータ等  
に用いられる強磁性薄膜に係り、最大エネルギー積

(BH)maxを大きくする形成方法に関する。

(従来の技術)

大きな保磁力と最大エネルギー積(BH)max  
を有するNd-F-B系磁石は磁石の小型化に  
貢献するためその利用が進められている。ところ  
が、この磁石は成形性と加工性が困難なため薄肉  
化や特殊形状での使用ができない。そのため、液  
体急冷法、スパッタ法、スプレー法等により、任  
意の形状の薄膜を形成する研究が行われており、  
たとえば、スパッタ法の例は、J. Magn. Mat., 54-57 (1986)  
P535、あるいは、本出願人が出願した特願昭  
61-229130号などに示されている。

(発明が解決しようとする問題点)

磁気を利用した装置を高性能化、小型化する場  
合には最大エネルギー積(BH)maxが大きく、  
たとえば10MGOe以上の値のものが必要であ  
るが、特に膜厚方向に異方性をそなえたもので最  
大エネルギー積(BH)maxが上記の値を超える  
ものは前項文献に示されているように得られてい

ないのが現状である。

この発明の目的は上記の問題点を解決した最大エネルギー積(BH)maxの高い膜厚方向に異方性をもつ膜の形成方法を提供するものである。

(問題点を解決するための手段)

このためNdが13~27原子%, Bが3~17原子%, Feが28原子%以上、残部は、Co、Alの一種以上からなる合金組成をスパッタリング法により形成したのち、膜厚方向の角型比が0.7以上のものを真空中もしくは非酸化性ガス雰囲気中(例えばN<sub>2</sub>ガス中)で所定の温度で所定時間アニール処理を行う。

(作用)

スパッタリング法により膜厚方向に異方性のついた膜を上記の条件でアニールすることにより結晶化が計られると共に組織層が、結晶粒界に生成した非組織層に取り囲まれた状態になり、このため、外延組織が作用しても組織の移動が妨げられるので、高エネルギー積を有する膜厚方向に異方性をもった膜が得られる。

ターゲット2は溶融中のNdが15原子%, Bが5原子%, Feが63原子%, Coが10原子%, Alが7原子%になるように各粉末を混合し、真空中で焼結したものを用い、このターゲットをスパッタリング電極に取り付け、基板3を基板取付台4に設置した後、真空容器内を排気系14により $2 \times 10^{-4}$  Torr以下に排気する。ヒータ電線13を調整しながら基板を300℃に加熱しており、フィラメント電線9を調整してフィラメント8を加熱した後、アルゴンガス導入バルブ12を開いてアルゴンガスを導入し、圧力が $8 \times 10^{-4}$  Torrになるように調整した。アノード電線を調整してターゲット電流を0.5 Aにした後、シャッター5を開いたままターゲット電線7により負の直流電圧300 Vを印加して15分間予備スパッタリングを行い、ターゲット表面の酸化物を除去し、シャッターを開いて20分間スパッタリングを行い、約2 μmの厚さの膜を形成した。この後、再び真空容器内を $2 \times 10^{-4}$  Torr以下に排気し、基板温度が室温になるまで冷加し

(実施例)

第1図は本発明の膜形成装置を形成するための多極マグネトロンスパッタリング装置の断面図である。真空容器1の中にターゲット2を設け、これと対向させて25 mmの間隔を置き基板3を基板取付台4に配置している。

基板はヒータ6によって加熱することができ、基板の温度をヒータ電線13によってコントロールするようにしてある。ターゲット2と基板3の間にはスパッタリング初期に飛散する粒子が基板に付着するのを防ぐためシャッター5を配設しており、ターゲット2にはターゲット電線7によって直流電圧または高周波電圧を印加できるようにしてある。ターゲットの近傍にはフィラメント8とアノード電極10を配置しフィラメント電線9によりフィラメントを加熱し熱電子を発生させてアノード電極10へ集めるようにしており、フィラメント電線9とアノード電線11によりターゲット電流は任意に変えられるのでターゲット電圧とターゲット電流は独立に変えることが可能である。

た。膜厚方向の角型比が0.7以上のものを選択して2加熱2冷が可能で赤外線イノージ炉にセットし炉内を $2 \times 10^{-4}$  Torr以下に排気した後、640℃に2加熱して10秒間保持してアニールを行った後ただちに冷加した。この結果、10 MGOe以上のエネルギー積の強磁性膜が得られた。第2図は温度と時間を種々変えてアニールをしたときの膜の特性の測定値を10 MGOe以上と以下に分けた分布を示す。凡印はアニール後膜厚方向の最大エネルギー積(BH)maxが10 MGOe以上となったものである。すなわち斜線で示した領域の条件でアニールを行えば膜厚方向の最大エネルギー積(BH)maxが10 MGOe以上のものが得られる。アニール温度が800℃を超えると常磁性相の成長により磁性特性が損われ、逆に400℃に納めないといくら時間をかけても結晶化が促進されず磁性特性が向上しない。

またアニール保持時間はアニール温度により異なり、たとえばアニール温度640℃~800℃

表

No	組成(原子%)				
	Nd	Fe	Co	Al	B
1	13	50	15	5	17
2	13	48	24	6	9
3	15	60	13	0	12
4	15	65	0	5	15
5	15	75	0	0	10
6	17	55	8	12	8
7	20	60	14	3	3
8	22	43	20	9	6
9	24	35	18	11	12
10	25	40	25	7	3
11	27	28	20	8	17
12	27	58	6	5	4

のと8は保持時間10秒で良いが、アニール温度が600℃のと8は保持時間45秒、500℃のと8は1700秒というようにアニール温度が低いほど保持時間が長くなるが、保持時間が20時間を超えると8はアニール温度は400～800℃の間であれば10MGOeのものが得られる。

なお、合金薄膜の組成を変え、調べたところ、表に示す組成で角形比0.7以上のものを選び、前記アニール条件で実験した結果は、いずれも良好な結果が得られた。すなわちNdが13～27原子%、Bが3～17原子%、Feが28原子%、残部、Co、Alの一種以上からなる組成の膜を上記アニール条件でアニールすることにより最大エネルギー積(BH)maxが10MGOe以上で、かつ異方性の膜が得られる。

## (発明の効果)

以上説明したように本発明によれば、最大エネルギー積(BH)maxが10MGOe以上の垂直磁化膜が得られる効果があり、このため磁気を利用した装置を高性能化、小型化することができる。

## 4. 図面の簡単な説明

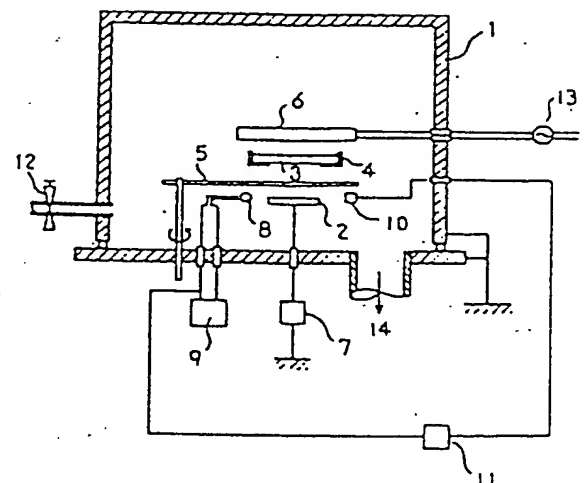
第1図は本発明の垂直磁化膜を形成するための多極マグネトロンスパッタリング装置の例を示す断面図、第2図は本発明のアニール条件を示す特性図である。

図において2はターゲット、3は基板、5はシャッタである。

特許出願人 株式会社 安川電機製作所

代表者 菊池 功

第1図



- |          |                 |           |
|----------|-----------------|-----------|
| 1. 真空容器  | 7. ターゲット電源      | 13. ヒータ電源 |
| 2. ターゲット | 8. フィラメント       | 14. 換気系   |
| 3. 基板    | 9. フィラメント電源     |           |
| 4. 基板取付台 | 10. アノード電極      |           |
| 5. シャッタ  | 11. アノード電源      |           |
| 6. ヒータ   | 12. アルゴンガス導入バルブ |           |

図 2

